

УДК 543.42

ПРОИЗВОДСТВО СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ НА ЕКАТЕРИНБУРГСКОМ ЗАВОДЕ ПО ОБРАБОТКЕ ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ

*Н.Д.Сергиенко, Н.А.Березиков
Екатеринбургский завод по обработке цветных металлов (ЕЗОЦМ)
620000, Екатеринбург, Ленина, 10*

В статье описаны преимущества применения современного оборудования при производстве стандартных образцов состава. Показана возможность сокращения сроков изготовления СО и повышения их качества за счет увеличения количества аттестуемых элементов, расширения диапазона их содержания, а также снижения погрешности аттестуемых значений.

Сергиенко Нелли Дмитриевна – инженер-исследователь лаборатории стандартных образцов ЕЗОЦМ.

Автор 10 научных публикаций.

Березиков Николай Александрович – начальник лаборатории стандартных образцов ЕЗОЦМ.

Область научных интересов: производство и аттестация стандартных образцов состава.

Автор 6 научных публикаций.

Лаборатория по изготовлению и аттестации стандартных образцов занимается изготовлением плавленных, порошковых и металлокерамических стандартных образцов (СО) на 40 элементов-примесей. Для облегчения работы при изготовлении порошковых и металлокерамических СО используется оборудование фирм Fritsch и Retsch для измельчения, смешивания, просеивания и усреднения порошков благородных металлов. Металлокерамические стандартные образцы готовят путем прессования, отжига,ковки и проката порошковых стандартных образцов, их плотность достигает 2/3 плотности плавленного металла. Аттестацию порошковых и металлокерамических СО проводят по процедуре приготовления.

Однако чаще всего в практике спектрального анализа применяются плавленные СО как наиболее близкие к производственным пробам по физико-химическим свойствам. В этом случае аттестацию проводят различными методами анализа: химическим, атомно-эмиссионным с индуктивно-связанной плазмой, атомно-абсорбционным, рентгеноспектральным, атомно-эмиссионным с фотографической и фотоэлектрической регистрацией спектра, масс-спектральным и другими путем межлабораторной аттестации в аккредитованных лабораториях.

Процедура аттестации любых СО включает в

себя исследование однородности распределения примесей в материале основы, которое обычно проводится атомно-эмиссионным методом анализа с фотографической или фотоэлектрической регистрацией спектра. Так, на нашем предприятии для оценки однородности распределения примесей используются как атомно-эмиссионный метод анализа с фотографической регистрацией спектра (спектрограф ДФС-8 с дуговым возбуждением спектра), так и с фотоэлектрической регистрацией спектра (спектрометр Spectrolab-S с искровым возбуждением спектра для анализа монолитных проб). В первом случае (спектрограф ДФС – 8) исследование однородности комплекта СО заключается в отборе и взвешивании навесок, проваривании в соляной кислоте для исключения загрязнения железом, регистрации спектров спектрографом, фотометрировании полученных фотопластинок, построении градуировочных графиков для каждого элемента вручную и получении результатов анализа. Вся перечисленная процедура занимает не менее 10 месяцев.

Во втором случае (Spectrolab-S) монолитная проба разрезается на токарном станке с последующей зачисткой поверхности на фрезерном станке фирмы Breitlander специальными фрезами для удаления поверхностных загрязнений. Готовая аналитическая поверхность подвергается действию разряда в спектрометре с распечат-

кой результатов анализа. Специально созданная программа расчета однородности позволяет провести эту работу за 0,5 – 1 месяц. В отличие от методов с фотографической регистрацией, данный метод сокращает сроки исследования однородности СО в 10 – 20 раз и при этом является более объективным за счет послойного исследования монолита по всему объему.

Измерения на спектрометре также предпочтительней ввиду большей точности, чувствительности, комфорта и удобства работы аналитика.

Еще одним преимуществом спектрометров фирмы SPECTRO является возможность градуировки в широком диапазоне концентраций от 0,0001 до 30 %.

Кроме того, снижение пределов обнаружения по ряду элементов позволяет создавать стандартные образцы с содержанием примесей менее 1 ppm, что отвечает возросшим требованиям к чистоте металлов (особенно при экспортных поставках). Радует также возможность контроля при этом таких примесей, как сера, селен и кислород, что в ряде случаев является важным при определении качества выпускаемого предприятием металла.

Ниже приведена таблица с типичными пределами обнаружения, полученными при анализе изготовленных ГСО состава платины, палладия, золота, серебра и меди на спектрометре Spectrolab-S.

Таблица

Пределы обнаружения элементов в СО состава, ppm

№ п/п	Элемент	Основа ГСО				
		Ag	Au	Pt	Pd	Cu
1	2	3	4	5	6	7
1	Al		0,03	0,08		0,02
2	Pb	0,4	0,2	0,1	0,01	0,5
3	Mn	0,04	0,05	0,03	0,1	0,05
4	Sb	0,2	0,6	2	0,9	1,8
5	Ni	0,6	0,3	0,5	0,6	0,1
6	Sn	0,5	0,4	5	0,9	0,6
7	Co	0,16	0,08	0,1	0,2	0,1
8	Rh	0,3	0,02	0,05	0,8	0,1
9	As	0,08	0,5	0,4	2,8	0,9
10	Pd	0,3	0,2	0,02		3
11	Cu	0,02	0,02	0,01	0,02	
12	Bi	0,2	0,8	0,3	0,4	0,2
13	Si	0,02	0,07	0,02		0,02
14	Au	0,01		0,1	0,2	0,1
15	Fe	0,06	0,01	0,05	0,7	0,1
16	Te	0,4	1	1,1	1,6	2

Окончание таблицы

1	2	3	4	5	6	7
17	Pt	0,7	0,4		0,4	0,9
18	Cr	0,01	0,01	0,02	0,05	0,04
19	Mg	0,08	0,05	0,02	0,07	0,4
20	Cd		0,008	0,6	0,06	0,06
21	Se		1	0,7		0,4
22	Ag		0,02	0,01	0,3	0,1
23	Ti		0,2			
24	Zn		0,03	0,04	1	0,8
25	Ir			1,7	6	22
26	Ru			0,1	0,2	
27	Os			0,3	0,4	
28	S					1,4

Таким образом, применение современного оборудования позволяет существенно сократить сроки изготовления СО и повысить их качество за

счет увеличения количества аттестуемых элементов, расширения диапазона их содержаний, а также снижения погрешности аттестованных значений.

* * * * *

PRODUCTION OF REFERENCE MATERIAL OF PRECIOUS METALS AT THE EKATERINBURG NON-FERROUS METAL PLANT

N.D.Sergienko, N.A.Berezikov

The article reviews advantages of modern equipment application for production of reference material. It is demonstrating a possibility of production period reduction and increase of reference material quality.
